

(summary translation)

Publication number: KR2002034723 A  
Publication date: 2002-05-09  
Inventor: JANG GWAN SIK (KR); OH EUNG JU (KR)  
Applicant: OH EUNG JU (KR)  
Classification:

- international: C08G61/12
- european:

Application number: KR20000065207  
Application date: 2000-11-03

The present invention relates to a method for preparing of the poly (3, 4-ethylenedioxythiophene) powder which is soluble in various organic solvents. According to the present invention, the soluble poly (3,4-ethylenedioxythiophene) powder is prepared by polymerizing 3,4-ethylenedioxythiophene monomer using oxidants under the existence of dopant of a general formula (II) and then drying it. The soluble poly (3, 4-ethylenedioxythiophene) powder synthesized according to the present invention is thermally stable, atmospheric stable, and easy to be chemically synthesized in air, and has advantages in solubility, electric conductivity, and transmissivity for various solvents.

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>  
C08G 61/12

(11) 공개번호 특2002-0034723  
(43) 공개일자 2002년05월09일

(21) 출원번호 10-2000-0065207  
(22) 출원일자 2000년11월03일

(71) 출원인 오웅주  
서울 서초구 반포동 한양아파트 6동 905호

(72) 발명자 오웅주  
서울특별시서초구반포동한양아파트6동905호  
장관식  
경기도용인시삼가동진우아파트104동1804호

(74) 대리인 황의만

심사청구 : 있음

(54) 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말제조방법

요약

본 발명은 다양한 유기용매에 가용성인 고분자 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명의 방법에 따르면, 일반식 (Ⅱ)의 도판트의 존재하에 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜 단량체를 산화제를 사용하여 중합시킨 후 건조시킴으로써 하기 일반식 (Ⅲ)의 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

본 발명에 따라 합성된 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말은 공기중에서 열적안정성, 대기안정성이 우수하고, 화학적 합성이 용이하며, 여러 가지 용매에 대한 용해도, 전기전도도, 투과도 등에 장점을 가지고 있다.

대표도  
도 2

색인어  
가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜), 분말, 알킬설포숙신산, 알킬설포숙신산의 나트륨염

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 방법에 따라 제조된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 FT-IR 측정 결과를 도시한 그래프이다.

도 2는 본 발명에 따른 방법으로 제조된, 디(2-에틸헥실)설포숙시네이트 음이온이 도핑된, 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 유기용매 NMP (N-methyl-2-pyrrolidinone)에 용해시켜 얻은 용액을 slide glass 위에 회전주조 (spin cast)시켜 얻어진 얇은 필름의 UV/Vis.-NIR 스펙트럼을 도시한 것이다.

## 발명의 상세한 설명

### 발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 다양한 유기용매에 가용성인 전도성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법에 관한 것이다.

지금까지 알려진 전도성고분자는 도핑에 의해 절연체로부터 반도체 및 전도체로의 전기적성질의 조절이 가능한 반면 기존의 기능성고분자와 비교시 기계적성질이나 가공성 등의 물리적성질이 떨어지는 단점을 가지고 있다.

대부분의 전도성 고분자는 가시광선 영역의 빛을 흡수하기 때문에 투명도가 많이 저하되는 단점을 가지고 있다. 따라서 이들 전도성고분자는 높은 투명성이 요구되지 않는 분야로의 사용으로 그 용도가 제한된다. 그러나 최근 독일의 Bayer사에서는 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜(EDOT)이란 새로운 구조의 단량체를 선보였다. 이는 싸이오펜의 기본구조에 에틸렌다이옥시그룹을 링의 형태로 갖는 구조를 가지는 단량체로서, 이 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜 단량체를 전기화학적 또는 화학적으로 중합시 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)(PEDOT)이란 물질로 전환된다 [에틸렌다이옥시기의 전자공여효과로 인하여 기존의 싸이오펜보다 낮은 광학적 밴드갭(1.6~1.7eV)을 갖고 있다]. 이 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)은 기존의 전도성고분자보다 높은 투명도를 보유하고 있다. 초창기 Bayer사에서는 모노머인 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜과 산화제를 알콜용매내에서 반응시켜 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)을 알콜용액상태로 제조하였다. 최근에는 도판트로 폴리스티렌설포네이트(PSS)를 사용하고, EDOT을 수용액내에서 중합하여 수용액형태의 PEDOT을 제조하여 전기전도도, 열적안정성과 코팅성, 분산성 등에 있어서의 향상을 보이고 있다. 또한 EDOT의 알콜용액에 실리케이트를 첨가하고 여러 용도로의 코팅후 열처리를 통하여 강도, 경도 면에서의 추가적인 장점을 갖는 PEDOT을 제조하고 있다.

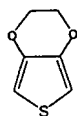
따라서, 본 발명의 목적은 상기와 같은 종래 기술과 차별화 하여, 제품 제조시 용액 상태가 아닌, 다양한 유기 용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

### 발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명자는 전술한 바와 같은 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조와 관련된 광범위한 연구 결과, 도판트의 존재하에 산화제를 사용하여 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜 단량체를 화학적인 방법으로 중합시켜 상기 다양한 유기용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 제조하게 되어 본 발명을 완성하게 되었다.

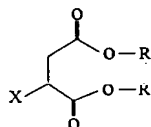
### 발명의 구성 및 작용

본 발명은 유기용매에 가용성인 고분자 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법을 제공하는 것으로서, 본 발명의 일면에 따르면, 일반식 (I)의 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜 단량체를 하기 일반식 (II)의 도판트와 함께 0℃에서 산화제를 사용하여 30분 내지 72시간 동안 서서히 저어주면서 중합시킨 후 진공건조시켜 유기용매에 가용성인 하기 일반식 III의 고분자 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법이 제공된다:



(I)

상기 일반식 (I)의 화합물은 에틸렌다이옥신 1,2번 탄소와 싸이오펜의 3,4번 탄소가 fused된 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜이다.



X = SO<sub>3</sub>H, SO<sub>3</sub>Na, R, R' = 2-ethylhexyl

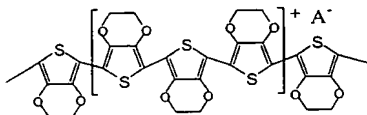
(II)

상기 일반식 (II)로 나타낸 화합물은 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]이다. 여기서 R, R'은 2-에틸헥실기 이고, X는 설포산 또는 설포산의 나트륨염이다.

상기와 같이 일반식 (I)의 단량체인 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜과 산화제 과황산암모늄(TCI)은 구입하여 진공증류에 의해 정제시킨 후 사용하였고, 일반식 (II)의 도판트인 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염(일본 TCI S.0-139 제품)은 구입하여 그대로 사용하였으며, 디(2-에틸헥실)설포숙신산은 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염을 화학적으로 처리하여 사용하였다.

0 °C에서 0.4 mol의 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜과 0.2 mol의 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]을 1ℓ 비이커내의 900ml 증류수에 넣어 자석 젓개로 저어준다. 이와 별도로 0.2 mol 과황산암모늄을 500ml 비이커내의 100ml 증류수에 넣어 자석젓개로 저어준다. 0 °C에서 0.2 mol 과황산암모늄 용액을 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜과 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]과의 혼합물에 서서히 자석젓개로 저어주며 첨가한다. 반응물을 48시간 동안 자석젓개로 서서히 저어주며 방치한다.

반응이 끝난 후, 반응용액을 부흐너(Buchner) 깔때기에서 증류수로 세척하며 여과하고, 여과후 얻어진 조각을 진공라인과 연결된 건조튜브(drying tube)에 넣어 24시간동안 다이내믹(dynamic) 진공(10<sup>-3</sup> torr)하에 건조하여 아래의 일반식 III과 같은 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 제조하였다.



A<sup>-</sup> = Di(2-ethylhexyl)sulfosuccinate

(III)

상기 일반식 (Ⅲ)은 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]의 음이온 ( $A^-$ )이 도핑된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)이다.

본 발명의 다른 일면에 따르면, 본 발명의 상기 방법에 있어서 상기 도판트가, 비극성의 알킬 사슬인 2-에틸헥실기와 극성 설포숙시네이트기를 동시에 가지는, 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산 나트륨염]인 것을 특징으로 하는 전도성 고분자 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법이 제공된다.

보다 구체적으로, 종래의 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)의 제조방법은 단량체 EDOT을 수용액내에서 중합하여 수용액형태로 제조하는 것이었다. 그러나 본 발명은 일반식 (Ⅱ)로 표시되는 도판트의 존재하에 다음의 일반식 (Ⅰ)의 단량체인 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜을 산화제를 사용하여 화학적 방법으로 중합시킨 후 건조시켜 분말을 제조함으로써 다양한 유기용매에 가용성인 일반식 (Ⅲ)의 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 합성하는 방법을 제공한다.

본 발명에 따른 방법으로 제조된, 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말은 일반 유기용매에 대한 용해성이 우수하며, 가공성이 큰 장점을 가지고 있다. 전도성뿐 아니라 가공성에 장점을 가지는 본 발명의 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말은 metallization, 정전기 방지, 전자기와 흡수체, 전자기와 차폐용 도료 및 코팅 재료, 축전기, 캐퍼시터(capacitor)용 고분자 전해질, IR absorber, 광전화학 전지, PCB(printed circuit board) 위로의 전도성코팅, 전기변색소자 (ECD), 부식방지, 저항 가열(resistive heating), 케이블 실드(cable shielding), 마이크로파 흡수 재료(microwave absorber), 온도, 충격, 화학센서, 발광다이오드소자(LED), LED내의 hole 주입전극 및 hole 수송층 응용, 투명전도성전극, 전계효과트랜지스터(FET), PDLC (polymer dispersed liquid crystal) display, optical fiber, optical transducer, nano fiber 등에 응용 가능성이 큰 물질이다.

폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)을 기존의 보고된 방법과 같이하여 용액의 형태로 제조시 산업적인 적용이 용이한 장점을 가지고 있지만, 보관상의 어려움, 다양한 형태로의 가공, 다양한 용도로의 적용이 어려운 문제점을 가지고 있다.

본 발명에서는 상기의 문제점을 해결하기 위하여, 비극성 알킬사슬의 2-에틸헥실기와 극성작용기인 설포숙시네이트(sulfosuccinate)기를 동시에 가지는, 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]을 도판트로 사용하여 단량체인 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜과 산화제인 과황산암모늄을 0℃에서 일정시간 반응시킨 후 여과 및 세척, 건조시켜 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 합성하였다. 이와 같이 제조된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말은 포름산, 1-메틸-2-피롤리돈(NMP), 디메틸설폭시드(DMSO), N,N'-디메틸포름아미드(DMF) 등과 같은 극성용매 및 o-클로로페놀, m-크레졸, 테트라히드로푸란(THF), 아세트산, 트리플루오로아세트산 등과 같은 극성의 정도가 약한 여러 유기용매 그리고 예컨대 클로로포름, 디클로로메탄, 벤젠 등과 같은 비극성 용매에 높은 용해도를 나타내었다.

이하에서는 본 발명의 방법에 따라, 다양한 유기용매에 가용성인 전도성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 합성방법을 구체적으로 설명하기로 한다.

#### 실시예 1

본 발명품인 다양한 유기용매에 가용성인 전도성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 합성법은 다음과 같다.

단량체인 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜은 진공증류에 의해 정제시킨 후 사용하였고, 산화제인 과황산암모늄과 도판트인 디(2-에틸헥실)설포숙신산 나트륨염은 일본 TCI제품을 그대로 사용하였으며, 디(2-에틸헥실)설포숙신산은 디(2-에틸헥실)설포숙신산 나트륨염을 화학적으로 처리하여 사용하였다.

0℃에서 0.4 mol의 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜과 0.2 mol의 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산 나트륨염]을 1ℓ 비이커내의 900ml 증류수(혹은 알콜)에 넣어 자석 젓개로 저어준다. 이와 별도로 0.1 mol

(또는 0.2 mol ~ 2 mol)의 과황산암모늄(혹은 톨루엔황산철)을 500ml 비이커내의 100ml 증류수(혹은 알콜)에 넣어 자석 젓개로 저어준다. 0 °C에서 0.1 mol(혹은 0.2에서 2 mol) 과황산암모늄용액을 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜과 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염] 혼합용액에 서서히 첨가한다. 반응물을 48시간 동안 자석 젓개로 서서히 저어주며 방치한다.

반응이 끝난 후, 반응 용액을 부흐너(Buchner) 깔때기에서 증류수(혹은 알콜)로 세척하며 여과하고, 여과후 얻어진 조각을 진공라인과 연결된 건조튜브(drying tube)에 넣어 24시간동안 다이내믹(dynamic) 진공( $10^{-3}$  torr)하에 건조하였다.

본 발명에서 화학적으로 제조된, 유기용매에 가용성인, 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 구조를 확인하기 위하여 FT-IR 스펙트럼의 측정결과,  $1735\text{ cm}^{-1}$  에서의 C=O (도판트인 디2-에틸헥실설포숙신산 또는 디2-에틸헥실설포숙신산의 나트륨 염) 진동 밴드(vibration band),  $1517, 1323\text{ cm}^{-1}$  에서의 C-C, C=C (싸이오펜) 신축진동(stretching vibration),  $1198, 1141, 1087, 1052\text{ cm}^{-1}$  에서의 C-O-C (3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)의 신축진동,  $978, 839, 689\text{ cm}^{-1}$  에서의 C-S(싸이오펜)의 진동밴드를 나타내어 일반식 (II)에 나타낸 음이온이 도핑된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜)이 합성되었음을 확인하였다(도 1 참조).

건조된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말은 포름산, 1-메틸-2-피롤리돈(NMP), 디메틸설폭사이드(DMSO), N,N'-디메틸포름아미드(DMF) 등과 같은 극성 용매 및 o-클로로페놀, m-크레졸, 테트라히드로푸란(THF), 아세트산, 트리플루오로아세트산 등과 같은 극성정도가 약한 여러 유기용매, 그리고 클로로포름, 디클로로메탄, 벤젠 등과 같은 비극성 용매에 우수한 용해성을 나타내었다.

제조된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 상기 다양한 유기용매에 녹인 용액으로부터 용액주조 (solution casting) 공정에 의해 표면상태가 매끈한, 유연성있는 필름을 얻을 수 있었다. 유연성있는 필름의 측정된 전기전도도는 용액제조시 사용된 용매에 따라  $10^{-3} \sim 80\text{ S/cm}$ 의 값을 나타내었다.

## 실시예 2

실시예 1과 동일한 방법으로 0°C에서 중합을 실시하되, 0.1 mol의 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]과 0.1 mol의 방향족설포산(benzenesulfonic acid, toluenesulfonic acid, sulfosalicylic acid, 2-naphthalene sulfonic acid, 2,6-naphthalenedisulfonic acid, naphthol-amino-disulfonic acid, anthraquinonesulfonic acid, anthraquinonedisulfonic acid, etc.)(또는 방향족설포산의 염)이 혼합된 도판트 또는 0.1 mol의 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산 나트륨염]과 0.1mol의 메틸설페이트, 에틸설페이트 등의 알킬설페이트 (또는 디알킬설페이트)작용기를 포함하는 시약류가 각각 혼합된 혼합도판트를 사용하여 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 제조하였다.

1ℓ 비이커내의 900ml 증류수에 단량체 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜 그리고 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]과 방향족설포산(또는 알킬설페이트, 디알킬설페이트작용기)과의 혼합도판트를 함께 넣고 자석젓개로 저어준다. 이와 별도로 0.1 mol(또는 0.2 mol ~ 2 mol) 과황산암모늄을 500ml 비이커내의 100 ml 증류수에 넣어 자석 젓개로 저어준다. 0 °C에서 0.1 mol(또는 0.2 mol ~ 2 mol)과황산암모늄이 들어있는 용액을 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜 그리고 디(2-에틸헥실)설포숙신산[또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]과 방향족설포산(또는 알킬, 디알킬설페이트작용기)과의 혼합도판트가 혼합되어있는 용액에 서서히 첨가한다. 반응물을 48시간 동안 자석 젓개로 서서히 저어주며 방치한다.

반응이 끝난 후, 반응 용액을 부흐너(Buchner) 깔때기에서 증류수(혹은 알콜)로 세척하며 여과하고, 여과후 얻어진 조각을 진공 라인과 연결된 건조튜브(drying tube)에 넣어 24시간동안 다이내믹(dynamic) 진공( $10^{-3}$  torr)하에 건조하였다. 제조된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 상기 다양한 유기용매 (실시예 1)에 녹인 용액으로부터 용액주조 (solution casting) 공정에 의해 유연성있는 필름을 제조할 수 있었다. 제조된 유연성있는 필름의 측정된 전기전도도는 용액제조시 사용된 용매에 따라  $10^{-2} \sim 150\text{ S/cm}$ 의 값을 나타내었다.

### 실시예 3

실시예 1 혹은 2와 동일한 방법으로 중합을 수행하되, 각각 0.1 mol(또는 0.2 mol ~ 2 mol)의 톨루엔설포네이트철, 황산암모늄 철(ferrous ammonium sulfate), 황산철(iron sulfate), 과염소산철(iron perchlorate), 과망간산칼륨(potassium permanganate), 2크롬산칼륨(potassium di chromate)등을 산화제로서 사용하여 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 제조하였다.

제조된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 1-메틸-2-피롤리돈(NMP), 디메틸설폭사이드(DMSO), N,N'-디메틸포름아미드(DMF), o-클로로페놀, m-크레졸, 테트라히드로푸란(THF), 클로로포름, 디클로로메탄 등의 용매에 녹여 매끈한 표면의 유연성있는 필름을 제조할 수 있었다.

이들 용액으로 부터 캐스팅된 free standing film의 측정된 전기전도도는 용액제조시 사용된 용매에 따라  $10^{-2} \sim 10^0$  S/cm의 값을 나타내었다.

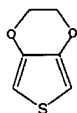
### 발명의 효과

본 발명은 다양한 유기용매에 용해성이 우수한 전도성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말을 제조하는 것으로서, 본 발명에 의해 제조된 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말은 보관성, 높은 가공성에 따른 작업성의 향상, 다양한 형태의 응용, 다양한 용도로의 적용 등을 가능케 할 수 있어 관련 산업체에 많은 영향을 미치리라 생각된다. 본 발명품인 가용성, 전도성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말은 metallization, 정전기 방지, 전자기파 흡수체, 전자기파 차폐용 도료 및 코팅 재료, 축전기, 캐퍼시터(capacitor)용 고분자 전해질, IR absorber, 광전화학 전지, PCB(printed circuit board) 위로의 전도성코팅, 전기변색소자(ECD), 부식방지, 저항 가열(resistive heating), 케이블 실드(cable shielding), 마이크로파 흡수재료(microwave absorber), 온도, 충격, 화학센서, 발광다이오드소자(LED), LED내의 hole 주입전극 및 hole 수송층 응용, 투명전도성전극, 전계효과트랜지스터(FET), PDLC(polymer dispersed liquid crystal) display, optical fiber, optical transducer, nano fiber 등으로의 응용이 가능하다.

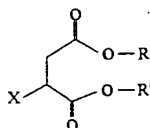
### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1.

하기에 기재된 일반식 (II)인 도판트가 들어있는 용액에서 3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜 단량체(일반식I)를 산화제를 사용하여 중합시킨 후 건조를 하여 다양한 유기용매에 가용성이 되도록 하는 것을 특징으로 하는 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

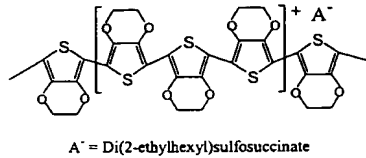


(I)



X = SO<sub>3</sub>H, SO<sub>3</sub>Na, R, R' = 2-ethylhexyl

(II)



(III)

## 청구항 2.

제 1항에 있어서,

상기 도판트가 일반식 (II)인 디(2-에틸헥실)설포숙신산 [또는 디(2-에틸헥실)설포숙신산의 나트륨염]인 것을 특징으로 하는 가용성 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

## 청구항 3.

제 1항에 있어서,

상기 도판트가 일반식 II에서 R 및 R'가 탄소 2개~20개의 알킬(alkyl), 이소알킬(isoalkyl), 알콕시(alkoxy), 알콕시알킬(alkoxyalkyl), 알킬설퍼닐(alkylsulfonyl), 알콕시설퍼닐(alkoxysulfonyl), 알킬실란(alkylsilane), 알콕시실란(alkoxysilane), X가 설포네이트(sulfonate), 카르복실레이트(carboxylate), 포스페이트(phosphate), 설페이트(sulfate), 시아네이트(cyanate), 실리케이트(silicate) 등인 것을 특징으로 하는 다양한 유기용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

## 청구항 4.

제 1항에 있어서,

상기 도판트가 탄소 2개~20개의 디알킬설포숙신산(dialkylsulfosuccinic acid) [또는 디알킬설포숙신산의 염] 그리고 디알킬설포숙신산(dialkylsulfo succinic acid) [또는 디알킬설포숙신산의 염]과 방향족술폰산[aromatic sulfonic acid (benzenesulfonic acid, toluenesulfonic acid, sulfosalicylic acid, 2-naphthalene sulfonic acid, 2,6-naphthalenedisulfonic acid, naphthol-amino-disulfonic acid, anthraquinonesulfonic acid, anthraquinonedisulfonic acid, etc.)](혹은 방향족술폰산의 염)을 각각 혼합한 혼합도판트를 사용하는 것을 특징으로 하는 다양한 유기용매에 가용성인, 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

## 청구항 5.

제 1항에 있어서,

상기 도판트가 탄소 2개~20개의 디알킬설포숙신산[또는 디알킬설포숙신산의 염]과 탄소 1개~10개의 알킬(alkyl)기를 갖는 알킬설페이트 (또는 디알킬설페이트) 작용기를 각각 혼합한 혼합도판트를 사용하는 것을 특징으로 하는 다양한 유기용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

## 청구항 6.



제 1항에 있어서,

상기 산화제는 황산암모늄철(ferrous ammonium sulfate), 황산철(ferric sulfate), 과염소산철(ferric perchlorate), 과망간산칼륨(potassium permanganate), 과산화칼륨(potassium persulfate), 2크롬산칼륨(potassium dichromate), 톨루엔황산철(iron(III)-toluene sulfonate)을 사용하는 것을 특징으로 하는 다양한 유기용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

청구항 7.

제 1항에 있어서,

합성시 반응용액의 용매가 물, 유기용매[알콜류(부탄올, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소오프로판올, 이소오부탄올 등) 클로로포름, 디클로로메탄, 아세트로나이트릴, 포름산, 아세트산 등]이거나 물과 상기 유기용매와의 혼합용매에 의해 합성된 것을 특징으로 하는 다양한 유기용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

청구항 8.

제 1항에 있어서,

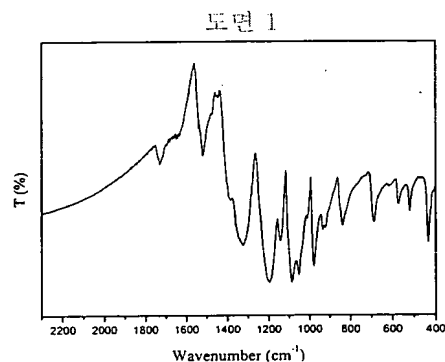
합성시  $-30^{\circ}\text{C}$  이상  $120^{\circ}\text{C}$  이하의 반응온도하에서의 다양한 유기용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

청구항 9.

제 1항에 있어서,

합성 반응 시간이 30분에서 72시간인 것을 특징으로 한 다양한 유기용매에 가용성인 폴리(3,4-에틸렌다이옥시싸이오펜) 분말의 제조방법.

도면



도면 2

